

## ⑫ 特許公報(B2)

平3-69852

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭公告 平成3年(1991)11月5日

C 03 B 23/08

9041-4G

発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 測定セルの製造方法

⑯ 特 願 昭57-124851

⑰ 公 開 昭59-15839

⑱ 出 願 昭57(1982)7月16日

⑲ 昭59(1984)1月26日

⑳ 発 明 者 松 本 浩 二 栃木県大田原市下石上1385番の1 東京芝浦電気株式会社  
那須工場内

㉑ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

㉒ 代 理 人 弁 理 士 三 澤 正 義

審 査 官 足 立 法 也

㉓ 参 考 文 献 特 公 昭49-49014 (JP, B1)

1

2

## ㉔ 特許請求の範囲

1 底部のあるガラス管内に、角のないほぼ方形の金型を挿入配置し、加熱しながらガラス管内壁と金型外周との間隙を減圧することにより管内壁を金型外周の形状に成型し、ガラス管の冷却後、金型を除去することにより、ガラス管の内面に角をなくすとともに、光が透過する相対向する側面外周を研磨することを特徴とする測定セルの製造方法。

2 ガラス管の材質が、石英ガラス、硬質ガラスよりなる群より選ばれるガラスであることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の測定セルの製造方法。

3 金型の材質が、ガラスの軟化点よりも高く、かつ、ガラス管の線膨張率よりも大きい金属であることを特徴とする特許請求の範囲第1項または第2項に記載の測定セルの製造方法。

4 金型の材質が、鉄系金属であることを特徴とする特許請求の範囲第3項に記載の測定セルの製造方法。

5 金型を挿入配置したガラス管を不活性雰囲気下で加熱することを特徴とする特許請求の範囲第4項に記載の測定セルの製造方法。

6 金型が、チツ化チタンおよび炭化チタンよりなる群より選ばれるチタン化合物の被膜を有することを特徴とする特許請求の範囲第4項または第

5項のいずれかに記載の測定セルの製造方法。

7 金型を挿入配置するガラス管が、両端開口部の一方をあらかじめ溶封することにより底部を形成してなる有底円筒管であることを特徴とする特許請求の範囲第1項乃至第6項のいずれかに記載の測定セルの製造方法。

## 発明の詳細な説明

〔発明の属する技術分野〕

この発明は、自動化学分析装置の技術分野に属し、自動化学分析装置内の分光分析装置に使用される測定セルの製造方法に関する。

〔発明の技術的背景とその問題点〕

臨床用の自動化学分析装置内には、たとえば測定セル内で被検試料と試薬とを反応させた後、測定セルに直接に光を照射し、内部にある液をたとえば比色法により測光する分光分析装置が装備されている。

前記測定セルの製造方法は次のとおりである。まず、第1図aおよびbに示すように、ガラス板1Aを略U字状に折曲し、U字状端面を研磨して所定の面精度、平行度および光路方向の長さDを所定の精度まで出し、これを接合面とする。次いで、前記U字状のガラス板1Aの接合面に、あらかじめ研磨された側板1B、1Cを、低融点ガラスを接着剤として融着する方法、または、前記接着剤を使用することなく接合面を融解して溶接す

る方法により、接合して、測定セル1を得る。

しかしながら、5mm(W)×6mm(D)の角形の測定セルを製造する場合、試料濃度の測定の際に光路長(D)の変化がそのまま濃度変化と同等に吸光度差として現われるので、測定セル1の光路方向長さ(D)の精度として $6 \pm 0.01$ mm程度まで要求される  
ところ、前記製造方法では光路方向長さ(D)の精度をせいぜい $6 \pm 0.02$ mm程度しかすることができない。光路長(D)がさらに短い測定セル1においては、さらに高精度であることを要求されるのであるから、前記製造方法は、未だ満足すべきものとはいえない。また、前記製造方法により得た測定セル1は、第2図aおよびbに示すように、本体1Aと側板1B、1Cとが直角に接合されているので、測定セル1内に液3を入れた場合、毛細管現象により液3はコーナー部分を上昇する。そうすると、測定セル1内に異なる試薬を順次に加え、あるいは、試料と試薬とを順次に加え、内部を攪拌してもコーナー部分での液が十分に拡散せず、均一な混合溶液を得ることができない。しかも、測定後の測定セル1を洗浄する場合、コーナー部分に付着する汚れを完全に洗い落とすことが困難である。したがって、前記製造方法により得た測定セルを用いた自動化学分析装置による分析測定に誤差を生ずるおそれがある。

#### 〔発明の目的〕

この発明は、前記事情に鑑みてなされたものであり、たとえば光路長が $6 \pm 0.01$ mm以内となるような光路長精度を有し、内面に直交する隅部がなく、かつ、光路面の面積度が0.5S以下（山と谷との差が $0.5\mu$ 以下）である、光透過性および耐薬品性の良好な測定セルを提供することを目的とするものである。

#### 〔発明の概要〕

前記目的を達成するためのこの発明の概要は、底部のあるガラス管内に、角のないほぼ方形の金型を挿入配置し、加熱しながらガラス管内壁と金型外周との間隙を減圧することにより管内壁を金型外周の形状に成型し、ガラス管の冷却後、金型を除去することにより、ガラス管の内面に角をなくするとともに、光が透過する相対向する側面外周を研磨することの特徴とするものである。

#### 〔発明の実施例〕

第3図a、bおよびcはこの発明の一実施例を

示す断面図である。

この発明におけるガラス管4としては、少なくとも340~900nm程度の波長を有する光の透過性が良好であり、また、pH1~14程度の範囲内にある強酸あるいは強アルカリに耐え得る耐薬品性を有すると共に測定セルとした場合の形状安定性の良好な材質たとえば石英ガラス、硬質ガラスで、断面が円形、楕円、方形等の形状に形成されたパイプが好ましい。前記のように良好な光透過性および耐薬品性が要求されるのは、自動化学分析装置により被検体を測定する場合、たとえば、測定セル内に種々のpHを有する試薬を入れ、そのような試薬と被検試料との反応により得られる溶液に紫外線等に照射し、その吸光度値により分析を行なうからである。この発明により測定セルを安価に製造しようとするときは、ガラス管4の材質は、硬質ガラスであるのが好ましい。ガラス管4として断面円形のパイプを用いる場合、その内径および肉厚は、測定セルの規模により適宜に決定されるのであるが、たとえば、内径7mmおよび肉厚1mmとすることができる。

次に、前記ガラス管4内に金型を挿入配置する。

挿入配置する金型の、挿入方向に直交する断面形状は、角に丸みをつけた方形または長方形、楕円、円形等のように角のない形状であるのが好ましい。後述の手順に従って製造した測定セルの内面に、毛細管現象を生じたり、あるいは、汚れを除去しにくい角部分を形成しないようにするためである。

金型は、ガラス管4の軟化点よりも高く、かつ、ガラス管4の線膨張率よりも大きい金属であるのが好ましい。金型の融点がガラス管4の軟化点よりも高いことを要するのは、後述の加熱吸引処理の際、軟化したガラス管4を金型の外周に吸着させ、測定セルの内壁面を形成するためである。また、金型の線膨張率がガラス管4のそれよりも大きいことを要するのは、後述の加熱吸引処理後、冷却したときに、ガラス管4の内壁と金型の外周とに若干の間隙たとえば17~34 $\mu$ の間隙を生じさせ、ガラス管4より金型を容易に抜き取ることができるようにするためである。このような条件を満足する金型の金属としては、硬質ガラス（軟化点820℃、線膨張率 $4.2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ）のガラ

ス管 4 を用いた場合、加工温度がたとえば 850℃ であるとき、鉄系金属であるのが好ましく、特に炭素工具鋼であるのが好ましい。

また、金型は、直線性および表面精度が良好であるのが好ましい。良好な表面精度たとえば 0.5S 以下の鏡面であることが要求されるのは、金型の表面円滑性がそのまま測定セル 4 の内面円滑性となるからである。また、良好な直線性が要求されるのは、直線性が悪いと、冷却後のガラス管 4 の内壁と金型外周との間隙が前記 17~34μ 程度であるから、ガラス管 4 内より金型を引き抜くことができなくなるおそれがあるからである。直線性としては、ガラス管 4 の内壁と金型外周との間隙の 1/3 以下程度の精度であるのが好ましい。直線性を維持するための剛性および表面精度良く加工するための加工性の点においても、金型の材質として、鉄系金属が好ましく、特に炭素工具鋼が好ましい。

次に、ガラス管 4 内に金型を挿入配置した後、ガラス管 4 の内壁と金型外周との間隙を減圧にすると共にガラス管 4 を加熱軟化する。そうすると、前記間隙が減圧となることおよび金型 5 の線膨張率がガラス管 4 の線膨張率よりも大きいことにより、第 3 図 b に示すように、金型 5 の外周面に溶融したガラス管 4 が吸着されることになる。前記減圧処理としては、ガラス管 4 が両端に開口部を有するときは、その両端開口部より排気して減圧にする方法あるいはガラス管 4 が有底円筒管であるときは開口部より排気して減圧にする方法のいずれでもよい。なお、この加熱吸着処理の際、金型 5 が鉄製であるとき、雰囲気を不活性状態たとえば Na 雰囲気、He 等の不活性ガス雰囲気下にしておくのが好ましい。というのは、通常の雰囲気下で鉄製の金型 5 を高温に加熱すると、鉄の表面に生じた酸化物が溶融したガラス管 4 の内壁に付着し、得られる測定セルの光透過性が害されることがあるからである。また、鉄製の金型表面にチツ化チタンの被膜をたとえばイオンプレーティング法により約 3μ 程度の厚みで形成しておくと、チツ化チタンは高温たとえば 850℃ 程度でも酸化されずに安定であるから、加熱吸着処理を通常の空気雰囲気下で行なってもよい。チツ化チタンの被膜は、CVD 法により形成することもできる。鉄製の金型 5 の表面でのチツ化チタン被膜

の形成は、前記のような利点のほか、ガラスとの融着を防止することができるのみならず、鉄表面の鏡面仕上げを損なわずに同等の鏡面を現出することができ、また、ビツカース硬度が 1300 以上であるので鏡面に傷がつくのを防止することができる。なお、チツ化チタンのかわりに炭化チタンやアルミナを使用することもできる。また、鉄系金属のステンレス鋼は、ガラスとの親和性があり、高温下でくつついてしまうが、このような被膜を形成することにより金型として使用可能となる。

金型 5 にガラス管 4 を吸着したまま一定時間の経過後、冷却する。冷却すると、ガラスと金型 5 との線膨張率の相違により、ガラス管 4 の内周面と金型 5 の外周面との間に隙間が生じるので、ガラス管 4 内から金型 5 を除去する。その結果、金型 5 の軸線方向に直交する断面が角のない形状であるから、ガラス管 4 の内面も第 3 図 c に示すように角がない。

次いで、ガラス管 4 が、両端部を開口するパイプであるときには、一端開口部をガス加工等で溶封して測定セルの底部を形成する。なお、ガス加工で底部を形成すると、底部のガラスに脈理を生じたり、形状を均一にすることができなかつたりすることがあるので、前記加熱処理前に、両端が開口するガラス管 4 の一端を溶封しておき、他端開口部からガラス管 4 内に金型 5 を挿入配置し、次いで加熱吸着処理すると、前記のような脈理を生ずることもなく、均一な形状の底部を形成することができる。

次いで、分光分析の際に光が透過することとなる、相対向するガラス管 4 の外周面を研磨して円滑に仕上げることにより、測定セル 6 を得ることができる。

以上のようにして得られる測定セル 6 は、その内面に角がないので、毛細管現象により測定セル内の液面が高く上昇するのを防止することができる。また、付着する汚れを容易に除去することができる。また、測定セル 6 を石英ガラスあるいは硬質ガラスで形成すると耐薬品性が良好であると共に、外周面の研磨と内面が金型 5 の鏡面を写しとつていことと相まって、光透過性が良好である。また、金型 5 の表面精度を 0.5S 以下にしておくと、この表面精度を有する金型 5 の表面にガラス管 4 が加熱吸着処理により吸着されることによ

り、ガラス管4の内壁が金型5の表面精度を写し取るので、測定セル6の光路面の精度も0.5S以下にすることができ、ガラス管5の外周研磨とにより光路長を高精度にすることができる。

以上、この発明の実施例について詳述したが、この発明は前記実施例に限定されるものではなく、この発明の要旨を変更しない範囲内で適宜に変形して実施することができるのはいうまでもない。

#### 〔発明の効果〕

この発明によると、高精度の光路長および面精度を有すると共に、内面に角がないことにより液

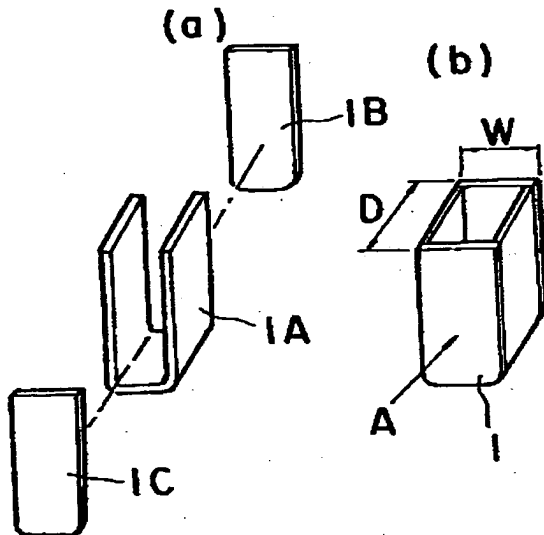
の攪拌混合を十分に行なうことができると共に、付着する汚れを容易に除去することのできる構造の測定セルを提供することができる。

#### 図面の簡単な説明

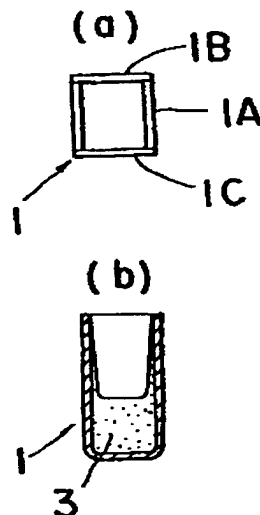
第1図aおよびbは従来の測定セルの製造法を示す斜視図、第2図aは従来の測定セルの上面図、第2図bは液を入れた状態の従来の測定セルを示す縦断面図、並びに、第3図a、bおよびcはこの発明の一実施例である測定セルの製造方法を示す横断面図である。

4…ガラス管、5…金型、6…測定セル。

第1図



第2図



第3図

